

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 11067138 A

(43) Date of publication of application: 09 . 03 . 99

(51) Int. Cl

H01J 37/244
H01J 37/28

(21) Application number: 09227791

(71) Applicant: HITACHI LTD

(22) Date of filing: 25 . 08 . 97

(72) Inventor: ISAGOZAWA SHIGETO
TANIGUCHI YOSHIFUMI

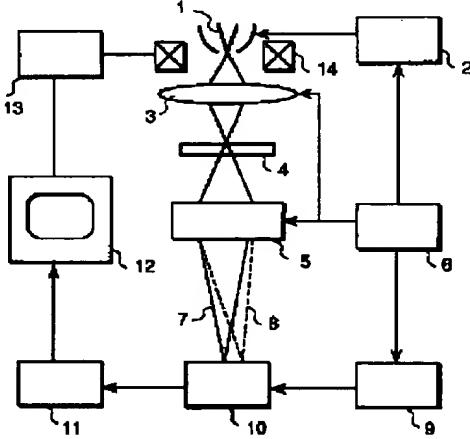
(54) MICRO-AREA OBSERVATION DEVICE

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a micro-area observing device appropriate for preventing the influence of specimen drift on the result of an analysis, while enabling high sensitivity analysis of a light element.

SOLUTION: A specimen 4 is scanned by an electron beam which is emitted from an electron source 1 and focused by a focussing lens system 3, by using a scan coil 14. The electron beam transmitting through the specimen 4 enters into an electron energy analyzer 5, and a part of the electron beam 7 which does not lose energy and another part of the electron beam 8 which lost a part of the energy through interaction with the specimen 4 are focused on a CCD camera 10 for different energies. An energy loss spectrum signal is read out from the CCD camera 10 for each scanning position, and an element distribution signal is found with a signal computing unit 11 by a jump ratio method, etc., to be shown on a monitor 12.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-67138

(43)公開日 平成11年(1999)3月9日

(51)Int.Cl.⁶
H 01 J 37/244
37/28

識別記号

F I
H 01 J 37/244
37/28

C

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平9-227791

(22)出願日

平成9年(1997)8月25日

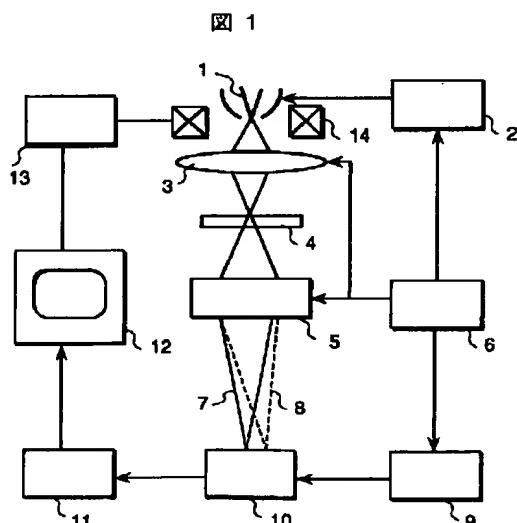
(71)出願人 000005108
株式会社日立製作所
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地
(72)発明者 砂子沢 成人
茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株
式会社日立製作所計測器事業部内
(72)発明者 谷口 佳史
茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株
式会社日立製作所計測器事業部内
(74)代理人 弁理士 高田 幸彦 (外1名)

(54)【発明の名称】 微小領域観察装置

(57)【要約】

【課題】軽元素の高感度分析を可能にしつつ、分析結果に対する試料ドリフトの影響を防止するのに適した微小領域観察装置を提供すること。

【解決手段】試料4は、走査コイル14を用いて、電子源1から放出される収束レンズ系3により収束された電子線で走査される。試料4を透過した電子線は電子線エネルギー分析器5に入射し、試料との相互作用でエネルギーを失わない部分7と一部のエネルギーを失った部分8が異なるエネルギーごとにCCDカメラ10上に集光される。CCDカメラからはエネルギーロススペクトル信号が走査位置ごとに読み出され、信号演算器11でジャンプレシオ等の方法で元素分布信号を求め、モニタ2にその表示を行う。



1:電子線 3:収束レンズ系 4:試料 5:エネルギー分光器
6:中央演算装置 9:カメラコントローラ 10:CCDカメラ
11:信号演算器 12:モニタ 13:走査信号発生器
14:走査コイル

【特許請求の範囲】

【請求項1】電子源と、該電子源からの電子線を試料に収束する手段と、前記試料を前記収束された電子線で走査する手段と、前記試料を透過した電子線をそのエネルギーに応じて分光する手段と、前記試料の前記電子線による各走査位置の分光されたエネルギースペクトルを検出する手段と、その検出されたエネルギースペクトルを表示する手段とを備えていることを特徴とする微小領域観察装置。

【請求項2】前記分光されたエネルギースペクトルは前記試料の前記電子線による走査と同期して二次元的に検出されることを特徴とする請求項1に記載された微小領域観察装置。

【請求項3】前記エネルギースペクトル検出に際して、コアロス電子の強度とそのプリエッジ電子の強度を検出し、そのコアロス電子の強度と該プリエッジ電子の強度との比を電子線走査に同期して表示することを特徴とする請求項1又は2に記載された微小領域観察装置。

【請求項4】前記エネルギースペクトル検出に際して、コアロス電子の強度とその複数個のプリエッジ電子の強度を検出し、該複数個のプリエッジ電子の強度からコアロスバックグラウンドを演算し、前記コアロス電子の強度から前記コアロスバックグラウンド強度を減算した結果を表示することを特徴とする請求項1又は2に記載された微小領域観察装置。

【請求項5】前記エネルギースペクトル検出に際して、コアロス電子の強度とそのプリエッジ電子の強度を検出し、前記コアロス電子の強度と前記プリエッジ電子の強度との差を電子線走査と同期して表示することを特徴とする請求項1又は2に記載された微小領域観察装置。

【請求項6】更にプラズマロスマート強度を検出して、このプラズマロスマート強度で前記差強度を除して表示することを特長とする請求項5に記載された微小領域観察装置。

【請求項7】前記試料の前記電子線による走査と同期して得られるスペクトル強度を電子線を前記走査位置に対応してメモリ上で積算することを特徴とする請求項1～6のいずれかに記載された微小領域観察装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は微小領域観察装置に係り、特に、試料を透過した電子線から特定のエネルギーを有する電子のみを分離して画像化することができる微小領域観察装置に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、原子レベルオーダで材料を観察し、かつ、原子レベルで観察された原子を同定する事が半導体不良解析部門や新素材の研究分野で極めて重要な要求となっている。

【0003】従来の元素分布像の表示方法には、走査型

透過電子顕微鏡(Scanning Transmission Electron Microscopy: STEM)を使ったエネルギー分散型X線分光(EDX)による元素分析結果の元素分布表示法がある。これは、試料上に収束した電子線を二次元的に走査し、発生した特性X線のエネルギーと強度を測定し、電子線走査と同期して画像表示する方法である。また、他の方法としては、エネルギーフィルタ電子顕微鏡(Energy-Filtering Transmission Electron Microscopy: EF-TEM)によるコアロス電子での元素分布表示方法がある。これ

10 は、試料と非弾性散乱した電子のエネルギーを分析し、特性X線を励起した電子線のみをエネルギーフィルタ電子顕微鏡で抽出し、結像する方法である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】STEMによる元素分布表示法は特性X線を用いているが、特性X線は軽元素に対して感度が悪いという欠点がある。また、EF-TEMによる元素分布表示法は本質的に複数枚の画像を取得し、画像処理により元素分布像を得るために、試料ドリフトの影響が大きく、位置精度が悪いという欠点がある。

20 【0005】本発明の目的は軽元素の高感度分析を可能にしつつ、分析結果に対する試料ドリフトの影響を防止するのに適した微小領域観察装置を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、電子源からの電子線は試料に収束され、試料はその収束された電子線で走査される。試料からの透過電子線はそのエネルギーに応じて分光され、そして試料の電子線による各走査位置の分光されたエネルギースペクトルは検出され、表示される。

30 【0007】これによれば、元素分布像を得るために必要な情報を、本質的に試料の電子線による1回の走査で全て得ることが可能となるため、その結果として分析結果に対する試料ドリフトの影響が防止される。また、従来のSTEM法と比べて、固有X線を発生した電子線を有效地に利用することができるので軽元素の分析に対しても感度の高い分析ができる。

【0008】

【実施例】図1に本発明にもとづく微小領域観察装置の一実施例を示す。図1において、中央演算装置6によってコントロールされる高電圧発生回路2からの高電圧により電子源1から発生した電子線は電子レンズ系3により縮小され、電子線スポットとして試料4に収束される。高輝度電子銃として電界放出型電子銃を用いると、原子直径と同程度の大きさである0.2nm程度の直径の電子線スポットを得ることもできる。このとき、走査コイル14に鋸歯状波の電流を信号発生器13から流すことにより、試料4は電子線スポットで二次元的に走査される。

50 【0009】試料4を透過した電子線は電子線エネルギー

一分析器5に入射する。電子線エネルギー分析器5では、一様な磁場を発生しており、これに入射した電子線は磁場によりエネルギー一分光されて、試料との相互作用でエネルギーを失わない部分7と一部のエネルギーを失った部分8が異なるエネルギーごとに異なる位置に集光される。電子線の集光位置には、二次元電子線検出器としてCCDカメラ10が配置されている。CCDカメラとしてはダイナミックレンジが広く、感度も高い全領域検出型CCD(Full Frame Transfer CCD)(別名SSCCD:Slow Scan CCD)を用いることができる。CCDカメラの信号読み出しはカメラコントローラ9を介して中央演算装置6によりコントロールされる。

【0010】CCD10によって検出される、エネルギー一分光された電子線のスペクトルは図2-aのように2次元的となる。このスペクトルを、たとえばCCDカメラのy方向に積算して信号演算器11を介してモニタ12に表示すると、図2-bのような電子線のロスエネルギーのスペクトルが得られる。横軸はロス電子線のエネルギー値となる。100nm程度の厚みの試料では、試料内でエネルギーをロスしないゼロロス電子線と呼ばれる電子線の強度が一番大きいことが多い。エネルギーをロスする電子線は通常、プラズマロス電子線と、コアロス電子線に分けられる。

【0011】プラズマロス電子線は試料中の電子の集団的振動によりエネルギーを失う電子線で、20~30eVのエネルギーを失うことが多い。これに対し、コアロスと呼ばれる電子線は、試料を構成する核内電子との相互作用でエネルギーを失った電子線で、試料を構成する元素特有のエネルギー値でエネルギーをロスしている。したがって、コアロス電子線のみで、画像が描ければ、試料の元素分布像が得られる。典型的なコアロススペクトルを図3に示す。コアロス電子は、図のように、大きなバックグラウンドの上に非常に弱い電子線として現れる。

【0012】真の元素分布像を得るためにには、バックグラウンドを引いたコアロスの信号だけで形像する必要がある。バックグラウンドを除去するためには以下の方法を用いることができる。

【0013】(1) 3ウィンドウ法

バックグラウンドの強度が、おおよそ

$$I(\delta E) = I_0 \exp(-k \delta E), \quad k=4$$

にしたがって減衰することに着目し、図3のE1、E2のところ(プリエッジ部)の強度I1、I2から、E3の値の強度I3を各試料位置(走査位置)毎に計算する。I4-I3の演算結果を電子線走査信号に同期させて映像信号にすることにより、元素分布像を描くことができる。バックグラウンドの減衰率は試料位置に関して不变であると仮定すると、I2にある一定の値をかけることによりI3を求めることができる。この場合、I1を得る必要がないという利点がある。

【0014】(2) ジャンプレシオ法

これは、元素が存在する画素(走査位置に対応)のみにI4の強度が出ることに着目し、 $I = I_4 / I_2$ の割り算結果を電子線走査信号に同期させて映像信号とし、元素分布像を得る方法である。目的の元素が存在しない領域ではある一定の値となるが、目的の元素が存在する領域では値が大きくなるので、試料の元素分布像を得ることができるので、試料の元素分布像を得ることができる。

【0015】(3) 差分法

これは3ウィンドウ法を簡略化した方法であり、図3においてI3はI2と同等であるとみなし、I4-I2の減算結果を電子線走査信号に同期させて映像信号とし、元素分布像を得る方法である。コアロス電子の強度が十分ある場合や、バックグラウンドが小さい場合に有効であるが、誤差を生じやすい。

【0016】(4) 厚み補正差分法

差分法の一番の誤差要因は、試料の厚みでプリエッジ部の強度が変わり試料厚みの影響と元素強度の混じり合った信号で元素分布像が形成されることにある。

【0017】試料厚みの影響を低減する方法として、プラズマロスピークの信号強度を使う方法が考えられる。

【0018】本方法は、プラズマロスピーク強度I15が試料厚みとほぼ直線的な関係にあることを利用するもので、差分法で得られた信号をその画素(走査位置)で得られたプラズマロスピーク強度I15で割り算し、その結果を表示するものである。この結果、試料の厚みが補正され、より試料の元素強度に近い元素分布像を得ることができる。

【0019】本発明の実施例の特徴は、電子線による試料の走査と同期して、CCDカメラ上のスペクトルに関して走査位置ごとに前記いずれかの方法での演算を実行し、その演算結果を映像信号に使用することにある。

【0020】図4に試料の電子線による走査とそれに応じた信号取得とのタイミングチャートを示す。図4において、電子線による試料の走査信号のタイミングに応じて、CCDは、I2(x, y)、I4(x, y)の信号を蓄積する。

(x, y)は試料面上の座標である。走査信号はY軸走査信号であってもよいが、図ではX軸走査信号である例が示されている。CCD面上では、図2-aのように、I2(x, y)、I4(x, y)の信号は特定のCCD上の画素(走査位置

に対応)に分布する。蓄積された信号は、走査信号に同期して、CCD面上から、たとえば、y方向に加算されて、読み出される。読み出された信号強度I2(x, y)、I4(x, y)は、信号演算器11へ送られる。信号演算器11内では試料位置ごとにメモリすることも可能である。この信号は、信号演算器11で、 $I(x, y) = I_4(x, y) / I_2(x, y)$ の演算を行い、試料位置(x, y)ごとの強度が、モニタ12上に表示される。この結果、モニタ12上には、ジャンプレシオ法による元素分布像が表示される。

【0021】本発明の実施例によれば、試料上の各位置に電子線が停止している間のエネルギースペクトルで元素

分布像を形成するため、分析結果に対する試料ドリフトの影響がない。このため、信頼性の高い原子オーダの元素分布像の形成が可能となる。なお、実施例では、ジヤンプレシオ法での元素分布像を説明したが、3 ウィンドウ法やその他の方法でも、その本質は変わらず、その効果も同じである。すなわち、3 ウィンドウ法では $I_1(x, y) - I_2(x, y)$ 、 $I_2(x, y) - I_3(x, y)$ を検出し、信号演算器 1 1 内で $I(x, y) = I_3(x, y) - I_2(x, y) \times (I_2(x, y) / I_1(x, y))$ の演算を行い、モニタ 1 2 上に表示する。または、 $I_2(x, y) - I_4(x, y)$ を検出し、信号演算器 1 1 内で $I(x, y) = I_4(x, y) - I_2(x, y) \times \text{const}$ の演算を行い、モニタ 1 2 上に表示する。差分法では $I_2(x, y) - I_4(x, y)$ を検出し、信号演算器 1 1 内で $I(x, y) = I_4(x, y) - I_2(x, y)$ の演算を行い、モニタ 1 2 上に表示する。

【0022】本発明の実施例によれば、CCDカメラ上の信号を y 方向に加算して用いるため、S/N のよい元素分布像を得ることができる。さらに、同一試料領域を多数回電子線走査し、その都度本実施例で得られる、元素分布像をたとえばメモリー上で加算し、その結果を電子線による試料の走査領域に合わせて表示することによりより更に S/N の向上した元素分布像が得られ、元素の検出感度も大幅に向上させることができる。

【0023】図 5 に本発明にもとづくもう一つの実施例を示す。本実施例においては、試料 4 とエネルギー一分光装置 5 との間に透過電子の検出器 1 5 が設けられている。この透過電子検出器は中心部に開口が設けられており、試料を透過した電子線のうち、光軸に近い領域を通る電子線はこの開口を通り抜けて、エネルギー一分光装置に入射する。試料から大きな角度で散乱した電子線は、開口の周辺に設けられた電子線検出器に入射する。電子線検出器に入射した電子線の強度を画像信号として、電子線走査と同期して表示することにより、試料像を得ることができる。このような構成にすることにより、試料上の画像を観察しながら同時に目的元素の分布像を得ることができる。

【0024】実施例では、目的の元素が一つである場合について記述がなされているが、本発明では目的の元素が複数個ある場合でも容易に対応できる。すなわち、まず、図 2において複数個ある目的の元素のコアロス電子が全て二次元検出器内に収まるようにエネルギー一分光装置を設定する。そうすると、図 3 に示したような I_1 から I_4 の信号強度の組み合わせが各目的元素ごとに得られる。これらの信号は同時に得られるので目的元素ごとに電子線による試料の走査をくり返す必要はない。

【0025】更に、試料を厚み補正を行うには、図 3において、 I_5 のプラズマロスマートピーカー強度で、差分法で得られた値を割り算し $(I_4 - I_2) / I_5$ の値を出力すればよい。*

* 【0026】以上の記述から分かるように、本発明に実施例によれば以下のような効果が達成される。

【0027】(1) 電子線による試料の走査と同期してエネルギー一分光装置の獲得（取得）と演算が同時に行えるので、分析結果に対する試料のドリフトの影響のない元素分布像を得ることができる。

【0028】(2) 元素分布の計算に必要な情報は一度に得ることができるので、あらゆる元素分布像計算手法に対応できる。

10 【0029】(3) エネルギー一分光装置を二次元検出器 1 0 で得、一方方向に加算することができる S/N の高い処理ができる。

【0030】(4) 得られたエネルギー一分光装置は、信号演算器 1 1 内に記憶することができるので、複数回処理をくり返すことにより S/N 比を更に向上させることができる。また、濃度の低い元素であっても感度よく元素分布像を得ることができる。

【0031】(5) 試料の直下に光軸上に開口をもつ透過電子検出器 1 5 を設置することにより、試料像と元素分布像を同時に得ることができる。

【0032】(6) 複数の元素に対する情報を一度に得ることができるので、複数の元素分布像を同時に得ることができる。

【0033】

【発明の効果】本発明によれば、軽元素の高感度分析を可能にしつつ、分析結果に対する試料ドリフトの影響を防止するのに適した微小領域観察装置が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明にもとづく一実施例を示す微小領域観察装置のブロック図である。

【図 2】図 1 の CCD 検出器を用いた電子線検出器により得られたエネルギー一分光装置の説明図である。

【図 3】図 1 の実施例を通じて本発明の理解を容易にするための、コアロス電子の典型的なスペクトル図である。

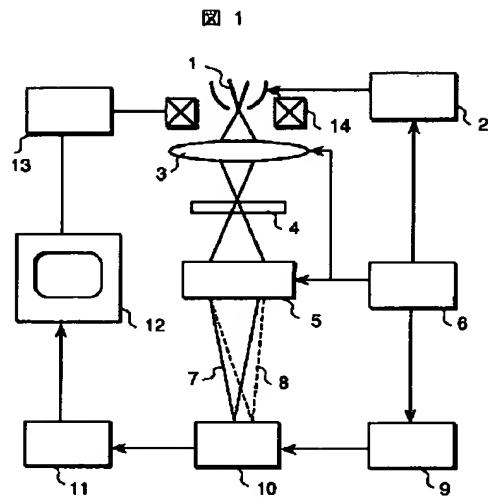
【図 4】図 1 の実施例における信号の読み出しと電子線による試料の走査とのタイミングチャートである。

【図 5】本発明にもとづくもう一つの実施例を示す微小領域観察装置のブロック図である。

【符号の説明】

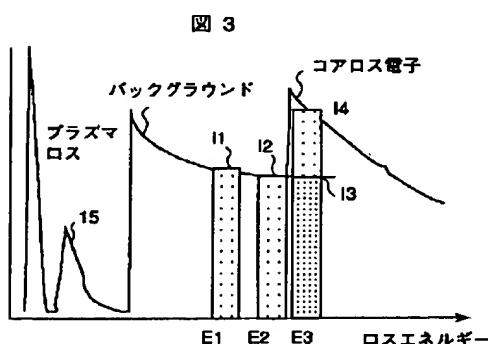
1 … 電子源、2 … 高電圧発生回路、3 … 収束電子レンズ系、4 … 試料、5 … エネルギー一分光器、6 … 中央演算装置、7 … ゼロロスマートピーカー、8 … エネルギー一分光器、9 … カメラコントローラ、10 … CCD カメラ、11 … 信号演算器、12 … モニタ、13 … 走査信号発生器、14 … 走査コイル、15 … 透過電子検出器。

【図1】

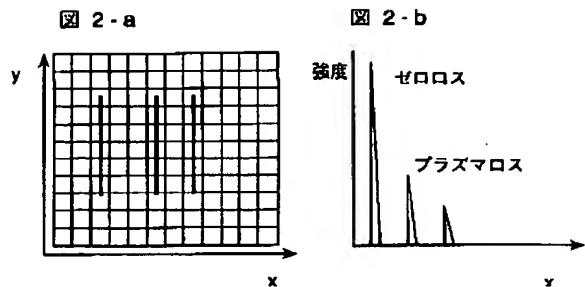


1:電子銃 3:収束レンズ系 4:試料 5:エネルギー分光器
6:中央演算装置 9:カメラコントローラ 10:CCDカメラ
11:信号演算器 12:モニタ 13:走査信号発生器
14:走査コイル

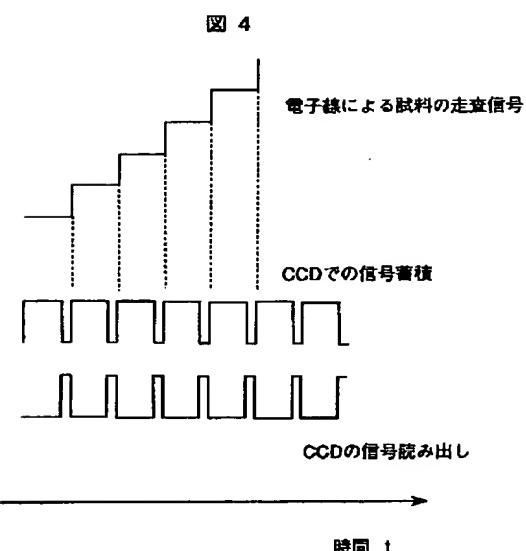
【図3】



【図2】



【図4】



【図5】

